



中华人民共和国工业和信息化部

# 有色金属计量技术规范

JJF (有色金属) 0011—2021

---

## 有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪校准规范

Calibration specification for X-ray diffractometers of multidimensional  
detectors for non-ferrous metals materials

2021-12-02 发布

2022-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布



# 有色金属材料用多维探测器

## X 射线衍射仪校准规范

Calibration specification for X-ray

diffractometers of multidimensional

detectors for non-ferrous metals materials

---

JJF (有色金属) 0011—2021

归口单位：中国有色金属工业协会

主要起草单位：广东省科学院工业分析检测中心

参加起草单位：国标（北京）检验认证有限公司

广州阳瑞仪器科技有限公司

广州计量检测技术研究院

西安汉唐分析检测有限公司

广东省科学院材料与加工研究所

本规范委托有色金属行业计量技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**

李 扬（广东省科学院工业分析检测中心）

伍超群（广东省科学院工业分析检测中心）

周 鹏（广东省科学院工业分析检测中心）

孙大翔（广东省科学院工业分析检测中心）

**参加起草人：**

何 欣（广州计量检测技术研究院）

刘海波（广州阳瑞仪器科技有限公司）

樊志罡（国标（北京）检验认证有限公司）

房永强（西安汉唐分析检测有限公司）

庄 敏（广州阳瑞仪器科技有限公司）

李杏英（广东省科学院材料与加工研究所）

# 目 录

引言 .....	(II)
1 范围 .....	(1)
2 引用文件 .....	(1)
3 概述 .....	(1)
4 计量特性 .....	(2)
4.1 仪器 $2\theta$ 角示值误差 .....	(2)
4.2 仪器 $2\theta$ 角重复性 .....	(2)
4.3 仪器分辨力 .....	(2)
4.4 衍射强度稳定性 .....	(2)
4.5 散射效应 .....	(2)
5 校准条件 .....	(2)
5.1 环境条件 .....	(2)
5.2 测量标准物质 .....	(2)
6 校准项目和校准方法 .....	(3)
6.1 校准项目 .....	(3)
6.2 校准方法 .....	(3)
7 校准结果表达 .....	(5)
8 复校时间间隔 .....	(5)
附录 A 标准硅粉 X 射线衍射数据 .....	(6)
附录 B 校准原始记录参考格式 .....	(7)
附录 C 校准证书内页参考格式 .....	(8)
附录 D 多维探测器 X 射线衍射仪校准结果测量不确定度评定示例 .....	(9)

## 引 言

本规范是以 JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行编写。

本规范参考了 JJG 629—2014《多晶 X 射线衍射仪检定规程》等相关技术文件。  
本规范为首次发布。

## 有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪校准规范

### 1 范围

本规范适用于有色金属材料用配备一维线阵或二维阵列探测器的 X 射线衍射仪的校准。

其他材料用多维探测器 X 射线衍射仪的校准可参考本规范。

### 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JB/T 9400 X 射线衍射仪 技术条件

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

### 3 概述

X 射线衍射仪是利用已知的特征 X 射线对样品进行扫描，将采集到的晶体学相关数据与国际通用的标准数据比较，再加以计算从而获得一系列晶体结构信息，主要用于物相的定性、定量分析，以及晶格常数、材料残余内应力、织构等与晶体结构有关的数据的测定。X 射线衍射仪主要依靠 X 射线探测器采集数据，探测器主要包括零维闪烁计数器和正比计数器、一维线阵探测器、二维阵列探测器等。配备一维线阵探测器和二维阵列探测器的 X 射线衍射仪光路结构示意图分别见图 1 和图 2。

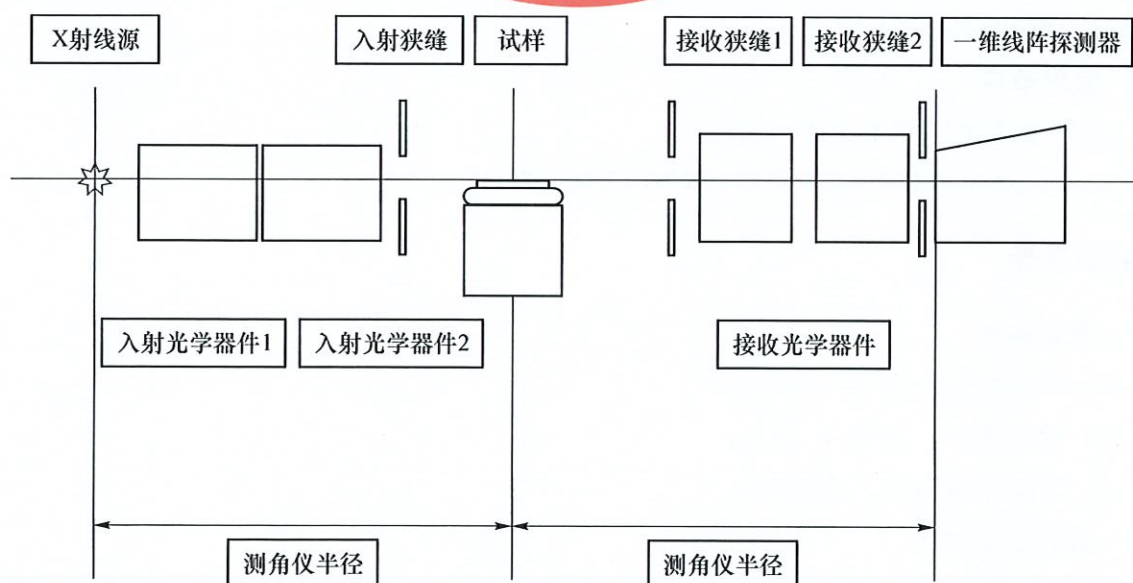


图 1 一维线阵探测器 X 射线衍射仪光路结构示意图

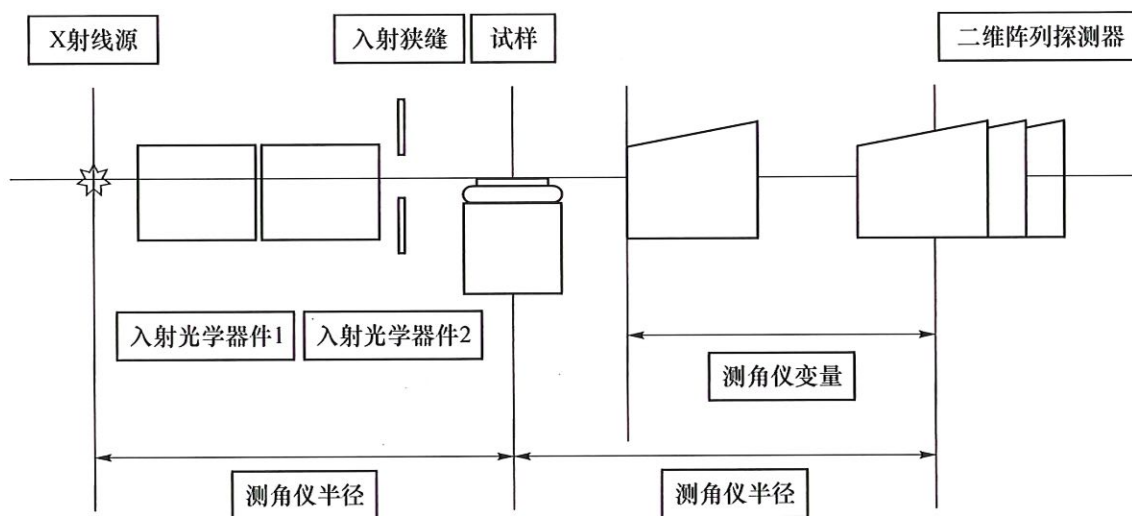


图2 二维阵列探测器 X 射线衍射仪光路结构示意图

## 4 计量特性

### 4.1 仪器 $2\theta$ 角示值误差

一维线阵探测器的  $2\theta$  角测量示值误差在  $\pm 0.03^\circ$  以内，二维阵列探测器的  $2\theta$  角测量示值误差在  $\pm 0.04^\circ$  以内。

### 4.2 仪器 $2\theta$ 角重复性

$2\theta$  角标准偏差不大于  $0.002^\circ$ 。

### 4.3 仪器分辨力

仪器分辨力不大于 60%。

### 4.4 衍射强度稳定性

一维线阵探测器的衍射强度相对极差单位时间内不大于 1.5%/h，二维阵列探测器的衍射强度相对极差不大于 5%/h。

### 4.5 散射效应

$2\theta$  角半高宽增宽不大于  $0.08^\circ$ 。

注：以上指标要求不作为合格判定依据，仅供参考。

## 5 校准条件

### 5.1 环境条件

- a) 环境温度：15  $^\circ\text{C}$  ~ 30  $^\circ\text{C}$ ；
- b) 相对湿度：不大于 65%；
- c) 周围环境清洁，无振动。

### 5.2 测量标准物质

标准物质采用粉末衍射用标准硅粉，平均粒径约 10  $\mu\text{m}$ ，晶格常数的标准不确定度不大于 0.00001 nm。

## 6 校准项目和校准方法

### 6.1 校准项目

#### 6.1.1 外观及通用要求

6.1.1.1 仪器上应标有名称、型号、出厂编号、制造厂名。

6.1.1.2 使用中的仪器及附件应紧固良好；运动部位应运动灵活、平稳；仪器内外各种管路接口应可靠密封；微机输入指令时，各功能正常。

6.1.1.3 其他技术条件应符合 JB/T 9400 的要求。

#### 6.1.2 计量特性要求

计量特性要求见第 4 章。

#### 6.1.3 校准项目见表 1。

表 1 多维探测器 X 射线衍射仪校准项目表

序号	校准项目	一维线阵探测器 X 射线衍射仪	二维阵列探测器 X 射线衍射仪
1	外观及通用要求	+	+
2	仪器 $2\theta$ 角示值误差	+	+
3	仪器 $2\theta$ 角重复性	+	+
4	仪器分辨力	+	+
5	衍射强度稳定性	+	+
6	散射效应	-	+

注：表格中“+”表示需校准项目，“-”表示不需校准项目。

### 6.2 校准方法

#### 6.2.1 仪器 $2\theta$ 角示值误差

6.2.1.1 光路调整，仪器在初装时和改变附件后，需对光路进行调整，可采用仪器自带软件调整光路；零位校准，即对  $\theta$ 、 $2\theta$  角的零位偏差进行测量，用所测偏差值修正零位，可采用仪器自带软件校准。

6.2.1.2 探测器设置为“零维模式”，采用硅标样进行实验；设置测试条件，宜采用  $\text{CuK}\alpha_1$  辐射和 Ni 滤波片，发散狭缝和散射狭缝为  $1^\circ$ ，接收狭缝 0.1 mm~0.3 mm；采用连续扫描方式，扫描范围为  $20^\circ\sim 140^\circ$ ，扫描速度不大于  $10^\circ/\text{min}$ ，步长不大于  $0.02^\circ$ ，测量衍射数据 5 次并记录。

注：不同仪器厂家的狭缝设置模式不尽相同，可通过相应规则进行换算。

6.2.1.3 用积分法计算硅标样的 11 条衍射峰峰位，与标准衍射数据（见附录 A）对比，计算出每条衍射峰的  $2\theta$  角偏差，以 5 次衍射数据的平均值作为校准结果。

#### 6.2.2 仪器 $2\theta$ 角重复性

6.2.2.1 按 6.2.1.1 步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.2.2 参照 6.2.1.2 的测试条件,对硅标样 (111) 晶面的  $2\theta$  角进行连续扫描 (采用 Cu 靶时扫描范围为  $27.5^\circ\sim 29.5^\circ$ ),测量衍射数据 10 次并记录。

6.2.2.3 根据公式 (1) 计算标准偏差,以标准偏差  $s(2\theta)$  作为校准结果:

$$s(2\theta) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (2\theta_i - \bar{2\theta})^2}{n-1}} \quad (1)$$

式中:

$s(2\theta)$ —— $2\theta$  角单次测量值的标准偏差, ( $^\circ$ );

$2\theta_i$ —— $2\theta$  角的单次测量值, ( $^\circ$ );

$\bar{2\theta}$ —— $2\theta$  角的平均测量值, ( $^\circ$ );

$n$ ——测量次数。

### 6.2.3 仪器分辨力

6.2.3.1 按 6.2.1.1 步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.3.2 参照 6.2.1.2 的测试条件,一维探测器 X 射线衍射仪设置为“一维模式”,对硅标样 (111) 晶面的  $2\theta$  角进行连续扫描 (采用 Cu 靶时扫描范围为  $27.5^\circ\sim 29.5^\circ$ ),二维探测器 X 射线衍射仪设置为“二维模式”,对硅标样 (422) 晶面的  $2\theta$  角进行连续扫描 (采用 Cu 靶时扫描范围为  $87.0^\circ\sim 89.0^\circ$ ),测量衍射数据 5 次并记录。

6.2.3.3 根据公式 (2) 计算单次衍射数据的仪器分辨力,以 5 次分辨力测量结果的算术平均值作为校准结果:

$$D = \frac{h}{H} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

$D$ ——仪器分辨力;

$h$ ——相应晶面  $K\alpha_1$  衍射峰和相应晶面  $K\alpha_2$  衍射峰之间峰谷对应的衍射强度;

$H$ ——相应晶面  $K\alpha_2$  衍射峰峰顶对应的衍射强度。

### 6.2.4 衍射强度稳定性

6.2.4.1 按 6.2.1.1 步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.4.2 参照 6.2.1.2 的测试条件,发散狭缝  $2^\circ$ , 散射狭缝  $4^\circ$ , 接收狭缝 0.3 mm 以上,扫描速度不大于  $0.5^\circ/\text{min}$ ,步长不大于  $0.01^\circ$ ,将探测器设置为“一维模式”或“二维模式”,对硅标样的 (111) 晶面的  $2\theta$  角进行连续扫描,在不少于 1 小时时间内分别测量衍射数据 10 次并记录。

6.2.4.3 用积分法计算衍射峰的积分强度,根据公式 (3) 计算衍射峰的相对极差  $R$ ,以 1 小时内 10 次数据相对极差的平均值作为校准结果:

$$R = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{\bar{I}} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

$R$ ——衍射强度的相对极差;

$I_{\max}$ ——衍射强度的最大值；

$I_{\min}$ ——衍射强度的最小值；

$\bar{I}$ ——衍射强度的平均值。

### 6.2.5 散射效应

6.2.5.1 按 6.2.1.1 步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.5.2 参照 6.2.1.2 的测试条件，扫描速度不大于  $0.5^\circ/\text{min}$ ，步长不大于  $0.01^\circ$ ，对硅标样的 (111)、(422)、(533) 晶面的  $2\theta$  角进行连续扫描，将探测器分别设置为“零维模式”和“二维模式”，在不少于 1 小时时间内分别测量衍射数据 10 次并记录。

6.2.5.3 计算每条衍射峰的半高宽，计算“二维模式”下 (111)、(422)、(533) 晶面衍射峰半高宽比“零维模式”相应晶面半高宽的加宽，取 (111)、(422)、(533) 半高宽加宽最大值作为仪器的散射效应校准结果。

## 7 校准结果表达

校准记录推荐格式参见附录 B，校准证书内页推荐格式参见附录 C，校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 委托单位的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
- i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范偏离的说明；
- n) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

## 8 复校时间间隔

仪器复校时间间隔建议为 2 年。如果仪器经维修、更换重要部件或对仪器性能有怀疑时，应重新校准。由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此，送校单位也可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

## 附录 A

## 标准硅粉 X 射线衍射数据

采用  $\text{CuK}\alpha_1$  辐射时, 标准硅粉 X 射线衍射数据见表 A. 1。

表 A. 1 标准硅粉  $\text{CuK}\alpha_1$  X 射线衍射数据表

晶面间距 $d/\text{nm}$	相对强度	晶面指数 $hkl$	$2\theta/(\circ)$
0. 31355	100	111	28. 442
0. 19201	55	220	47. 302
0. 16375	30	311	56. 121
0. 13577	6	400	69. 130
0. 12459	11	331	76. 377
0. 11086	12	422	88. 026
0. 10452	6	511	94. 948
0. 09600	3	440	106. 715
0. 09180	7	531	114. 087
0. 08587	8	620	127. 541
0. 08282	3	533	136. 890

## 附录 B

## 校准原始记录参考格式

## 多维探测器 X 射线衍射仪校准原始记录

委托方 \_\_\_\_\_ 校准日期 \_\_\_\_\_  
 仪器名称 \_\_\_\_\_ 型号规格 \_\_\_\_\_ 探测器类型 \_\_\_\_\_  
 仪器编号 \_\_\_\_\_ 制造厂 \_\_\_\_\_ 校准地点 \_\_\_\_\_  
 环境温度 \_\_\_\_\_ °C 相对湿度 \_\_\_\_\_ % 其他 \_\_\_\_\_  
 依据 \_\_\_\_\_

主要测量 标准物质	名称	型号规格	精度等级	编号	有效期至			
					年 月 日	年 月 日		
外观:								
计量项目	技术要求	测 量 值					计算 结果	不确定度
		1	2	3	4	5		
仪器 $2\theta$ 角 示值误差	一维探测器不大于 $0.03^\circ$ ; 二维探 测器不大于 $0.04^\circ$							
仪器 $2\theta$ 角 重复性	不大于 $0.002^\circ$	(111) 晶面 $2\theta$ 角						
仪器分辨率	不大于 60%							
衍射强度 稳定性	一维探测器不大 于 $1.5\%/h$ ; 二维探 测器不大于 $5\%/h$	(111) 晶面衍射强度						
散射效应	不大于 $0.08^\circ$							

校准员:

核验员:

## 附录 C

## 校准证书内页参考格式

证书编号××××××—××××

## 校准结果

计量项目	技术要求	测量值					计算结果	不确定度
		1	2	3	4	5		
仪器 $2\theta$ 角 示值误差	一维探测器不大于 $0.03^\circ$ 二维探测器不大于 $0.04^\circ$							
仪器 $2\theta$ 角 重复性	不大于 $0.002^\circ$	(111) 晶面 $2\theta$ 角						
仪器分辨力	不大于 60%							
衍射强度 稳定性	一维探测器不大于 1.5%/h 二维探测器不大于 5%/h	(111) 晶面衍射强度						
散射效应	不大于 $0.08^\circ$							
本次测量的不确定度：								

## 附录 D

## 多维探测器 X 射线衍射仪校准结果测量不确定度评定示例

## D.1 概述

多维探测器 X 射线衍射仪的校准项目均为直接测量量，采用标准物质及仪器自带软件直接测量，取多次测量值的平均值作为测量结果。本附录以仪器  $2\theta$  角示值误差作为示例，对其进行测量不确定度评定。其他校准项目可参照本附录作类似评定。

## D.2 测量依据

依据本规范 6.2.1，对一维探测器 X 射线衍射仪，采用  $\text{CuK}\alpha$  辐射和 Ni 滤波片，发散狭缝和散射狭缝为  $1^\circ$ ，接收狭缝 0.15 mm；对 Nist 标准硅粉 (111) 晶面进行测量，采用连续扫描方式，扫描范围为  $27.5^\circ \sim 29.5^\circ$ ，扫描速度  $2^\circ/\text{min}$ ，步长  $0.01^\circ$ 。

## D.3 测量标准物质

X 射线衍射使用 Nist 标准硅粉，平均粒径约  $10 \mu\text{m}$ ，晶格常数的标准不确定度不大于  $0.00001 \text{ nm}$ ，其标准不确定度为  $0.0001^\circ$ 。

## D.4 测量模型

仪器  $2\theta$  角采用衍射仪测角仪直接测量，取 5 次测量值的平均值作为测量结果。计算公式用式 (D.1) 表示：

$$2\theta = \frac{1}{5} \sum 2\theta_i \quad (\text{D.1})$$

式中：

$2\theta$ —— $2\theta$  测量结果， $(^\circ)$ ；

$2\theta_i$ ——第  $i$  次  $2\theta$  测量值， $(^\circ)$ 。

## D.5 不确定度来源

D.5.1 标准硅粉  $2\theta$  角测量重复性（含仪器分辨率引入的标准不确定度分量）引入的标准不确定度  $u(e_1)$ 。

D.5.2 标准硅粉晶格常数不确定度引入的  $2\theta$  角示值标准不确定度  $u(e_2)$ 。

## D.6 标准不确定度评定

D.6.1 标准硅粉  $2\theta$  角测量重复性引入的标准不确定度  $u_1(\delta 2\theta_1)$

测量结果的重复性引入的标准不确定度通过多次重复测量进行 A 类评定。在相同条件下，对标准硅粉的 (111) 晶面  $2\theta$  角重复测量 10 次，测量数据见表 D.1。

表 D.1 标准硅粉 (111) 晶面  $2\theta$  角示值重复测量数据

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$2\theta(111)/(^\circ)$	28.441	28.442	28.441	28.441	28.441	28.441	28.441	28.442	28.442	28.441

按式 (D.2) 计算测量实验标准偏差：

$$s(2\theta_i) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (2\theta_i - \bar{2\theta})^2} \quad (\text{D.2})$$

式中：

$s(2\theta_i)$ ——测量实验标准偏差，(°)；

$\bar{2\theta}$ —— $n$ 次测量的平均值，(°)；

$n$ ——重复测量的次数。

根据表 D.1 的数据，得到  $2\theta$  角示值重复性测量实验的标准偏差为  $0.00046^\circ$ ，故测量重复性引入的标准不确定度为：

$$u_1(\delta 2\theta) = \frac{s(2\theta_i)}{\sqrt{n}} = \frac{0.00046}{\sqrt{5}} = 0.000205^\circ$$

D.6.2 标准硅粉晶格常数不确定度引入的  $2\theta$  角示值标准不确定度  $u_2(\delta 2\theta_s)$

Si 标准物质  $2\theta$  角偏差引入的标准不确定度按 B 类评定。根据 Nist 标准硅粉晶格常数不确定度  $0.00001 \text{ nm}$ ，标准硅粉引入的标准不确定度  $u_2(\delta 2\theta_s)$  为  $0.0001^\circ$ 。

D.7 合成标准不确定度  $u_c(\delta 2\theta)$

合成不确定度可用式 (D.3) 表示：

$$u_c(\delta 2\theta) = \sqrt{u^2(e_1) + u^2(e_2)} \quad (\text{D.3})$$

式中：

$u_c(\delta 2\theta)$ ——仪器  $2\theta$  角示值的合成标准不确定度，(°)；

$u(e_1)$ ——测量重复性引入的标准不确定度，(°)；

$u(e_2)$ ——标准物质引入的标准不确定度，(°)。

按式 (D.3) 计算合成标准不确定度  $u_c(\delta 2\theta)$ ：

$$u_c(\delta 2\theta) = \sqrt{u_1^2(\delta 2\theta_1) + u_2^2(\delta 2\theta_s)} = 0.00023^\circ$$

D.8 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ ，其扩展不确定度为：

$$U(\delta 2\theta) = k \cdot u_c(\delta 2\theta) = 0.00046^\circ$$







中华人民共和国工业和信息化部  
有色金属计量技术规范  
有色金属材料用多维探测器  
X射线衍射仪校准规范  
JJF(有色金属)0011—2021

\*

冶金工业出版社出版发行  
北京市东城区嵩祝院北巷39号  
邮政编码:100009  
北京建宏印刷有限公司印刷  
各地新华书店经销

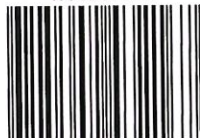
\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 23 千字  
2022年3月第一版 2022年3月第一次印刷

\*

统一书号:155024·3216 定价:70.00元

155024·3216



9 715502 432167 >